



Natrium siklambat



© BSN 2012

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Cara pengambilan contoh.....	2
6 Cara uji	2
7 Syarat lulus uji	3
8 Syarat penandaan	3
9 Pengemasan.....	3
Lampiran A (normatif) Cara uji anilin, sikloheksilamin dan disikloheksilamin	4
Lampiran B (normatif) Cara uji asam sulfamat	7
Bibliografi.....	10
Tabel 1 - Syarat mutu natrium siklamat.....	1

Prakata

Standar ini disusun dengan tujuan:

- Membangun industri nasional yang berdaya saing
- Melindungi konsumen dari aspek kesehatan dan keamanan pangan,
- Menjamin kualitas produk, Menunjang ekspor non migas,
- Menciptakan iklim usaha yang kondusif. Membantu kelancaran perdagangan,
- Mewujudkan persaingan usaha yang sehat dalam perdagangan.

Standar ini dibuat dengan mengacu pada:

- Undang-undang No. 5 Tahun 1984 tentang Perindustrian,
- Undang-undang No. 7 Tahun 1996 tentang Pangan,
- Undang-undang No. 8 tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen,
- PP No.69 Tahun 1999 tentang Label dan Iklan Pangan,
- PP No. 28 Tahun 2004 tentang Keamanan, Mutu dan Gizi Pangan, Peraturan Menteri Perindustrian RI No. 75/M-IND/7/2010 tentang Pedoman Cara Produksi Pangan Olahan yang Baik (*Good Manufacturing Practices*).
- SK Menteri Kesehatan Republik Indonesia No. 43/Men.Kes./SK/II/1979 Tahun 1979

Standar ini dirumuskan oleh Panitia Teknis 67-02 Bahan Tambahan Pangan dan Kontaminan, yang telah dibahas melalui rapat teknis, dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 1 Juli 2011 di Jakarta. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, konsumen, produsen, lembaga pengujian, lembaga ilmu pengetahuan dan teknologi, perguruan tinggi dan instansi terkait lainnya.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 28 Oktober 2011 sampai dengan tanggal 27 Desember 2011 dengan hasil akhir RASNI.

Natrium siklamat

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji natrium siklamat yang digunakan untuk industri pangan, kosmetik dan farmasi sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

2 Acuan normatif

Berikut ini acuan yang diperlukan dalam penyusunan standar ini. Untuk acuan tak bertanggal, edisi terakhir yang digunakan (termasuk revisi dan amandemennya).

SNI 0030, *Asam Sulfat teknis*

SNI 2891, *Cara uji makanan dan minuman*

SNI 2896, *Cara uji cemaran logam dalam makanan*

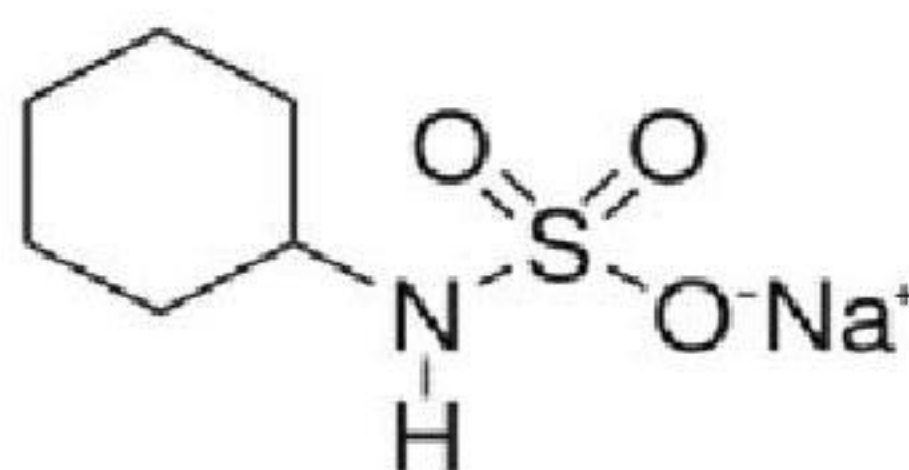
SNI 4866, *Cara uji cemaran arsen dalam makanan*

3 Istilah dan definisi

3.1

Natrium siklamat

bahan yang berbentuk kristal atau serbuk warna putih atau tidak berwarna, tidak berbau serta mempunyai tingkat kemanisan sekitar 30 kali sukrosa dan mempunyai rumus molekul $C_6H_{12}NNaO_3S$; berat molekul 201,22; INS (*International Number System*) No. 952 (iv)



4 Syarat mutu

Syarat mutu natrium siklamat sesuai dengan Tabel di bawah ini

Tabel 1 - Syarat mutu natrium siklamat

No.	Syarat uji	Satuan	Persyaratan
1	Keadaan		
1.1	Bentuk	-	Kristal atau serbuk kristal
1.2	Warna		Putih atau tidak berwarna

Tabel 1 - Lanjutan

No.	Syarat uji	Satuan	Persyaratan
2	pH (Larutan 2 %)	-	5,5 – 7,5
3	Kadar air	%	maks. 1,0
4	Kadar	%	98,0 - 101,0
5	Anilin	mg/kg	maks. 1
6	Sikloheksilamin	mg/kg	maks. 10
7	Disikloheksilamin	mg/kg	maks. 1
8	Asam sulfamat	%	maks. 0,1
9	Sulfat	mg/kg	maks. 500
10	Arsen (As)	mg/kg	maks. 3
11	Selenium (Se)	mg/kg	maks. 30
12	Timbal (Pb)	mg/kg	maks. 1

5 Cara pengambilan contoh

Sesuai SNI 0428.

6 Cara uji

6.1 Keadaan

Sesuai SNI 2891.

6.2 pH

Sesuai SNI 2891.

6.3 Kadar air

Sesuai SNI 2891.

6.4 Kadar

Sesuai Kodeks Makanan Indonesia.

6.5. Anilin

Sesuai Lampiran A.

6.6. Sikloheksilamin

Sesuai Lampiran A.

6.7. Disikloheksilamin

Sesuai Lampiran A.

6.8 Asam sulfamat

Sesuai Lampiran B.

6.9 Sulfat (SO_4^{2-})

Sesuai dengan SNI 0030.

6.10 Arsen (As)

Sesuai dengan SNI 4866.

6.11 Selenium (Se)

Sesuai Kodeks Makanan Indonesia.

6.12 Timbal (Pb)

Sesuai dengan SNI 2896.

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu sesuai dengan Pasal 4.

8 Syarat penandaan

Sesuai dengan ketentuan perundangan yang berlaku.

9 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah tertutup rapat tidak dipengaruhi dan mempengaruhi, aman selama pengangkutan dan penyimpanan.

Lampiran A
(normatif)
Cara uji anilin, sikloheksilamin dan disikloheksilamin

A.1 Alat

1. Neraca analitis (minimum 10 mg);
2. *Semimicro balance*;
3. *Micro syringe* 0 – 10 μ l;
4. *Micro pipette* 0 – 1 000 μ l;
5. Pipet ukur 0 – 2, 0 – 5, dan 0 – 10 ml;
6. Pipet volum 10,0 dan 20,0 ml;
7. Labu takar (labu tentukur) 100,0 dan 1 000,0 ml;
8. Gelas ukur 25 dan 50 ml;
9. Corong pisah 100 ml;
10. Gelas piala 50 dan 100 ml;
11. Shaker Bath (pengaduk);
12. Kromatograf Gas yang dilengkapi dengan kolom kapiler dan detektor pengionan nyala;
13. Peralatan gelas lain yang lazim digunakan di laboratorium.

A.2 Pereaksi

1. Tetradekana
2. Metilen klorida
3. Larutan natrium hidroksida pekat: larutkan 42 g natrium hidroksida dalam air suling dan encerkan hingga 100,0 ml dengan pelarut yang sama
4. Larutan asam asetat encer: larutkan 12 g asam asetat glasial dalam air suling dan encerkan hingga 100,0 ml dengan pelarut yang sama
5. Toluena
6. Air suling

A.3 Cara kerja

A.3.1 Penyiapan larutan

1. Penyiapan larutan standar internal
 - Larutkan 2 μ l tetradekana dalam metilen klorida dan encerkan sampai 100,0 ml dengan pelarut yang sama.
2. Penyiapan larutan uji
 - Larutkan 2,00 g zat yang akan diuji (natrium siklamat) dalam 20 ml air suling dan masukkan ke dalam corong pisah.
 - Tambahkan 0.5 ml larutan natrium hidroksida pekat dan 30 ml toluena lalu dikocok, pipet 20 ml lapisan atas (lapisan toluena) ke dalam corong pisah baru.
 - Tambahkan lapisan atas (lapisan toluena) dengan 4 ml campuran volume sama larutan asam asetat encer dan air lalu dikocok.
 - Pisahkan lapisan bawah (fasa air) lalu tambahkan 0.5 ml natrium hidroksida pekat dan 0.5 ml larutan standar internal lalu dikocok (gunakan corong pisah baru).
 - Gunakan lapisan bawah segera setelah pemisahan.

3. Penyiapan larutan pembanding

- Larutkan 1,0 mg (sekitar 1 μ l) anilin (*impurities* B), 10,0 mg (sekitar 12 μ l) siklohesilamin (*impurities* C), 1,0 mg (sekitar 1,1 μ l) disikloheksilamin (*impurities* D) dalam air suling, kemudian encerkan sampai 1 000,0 ml dengan pelarut yang sama.
- Encerkan 10,0 ml larutan tersebut hingga 100,0 ml dengan air suling (larutan A).
- Pipet 20,0 ml larutan A ke dalam corong pisah, Tambahkan 0,5 ml larutan natrium hidroksida pekat dan 30 ml toluena lalu dikocok.
- Pipet 20 ml lapisan atas (lapisan toluena) ke dalam corong pisah baru, tambahkan 4 ml campuran volume sama larutan asam asetat encer dan air lalu dikocok.
- Pisahkan lapisan bawah (fasa air) lalu tambahkan 0,5 ml larutan natrium hidroksida pekat dan 0,5 ml larutan standar internal lalu dikocok (gunakan corong pisah baru).
- Gunakan lapisan bawah segera setelah pemisahan.

A.3.2 Kondisi Gas Kromatografi

- Kolom kapiler: *fused silica column* dengan panjang 25 m dan diameter internal 0,32 mm (dinding internal dilapisi poly(dimethyl)(diphenyl)siloxane R, ketebalan lapisan 0,51 μ m).
- Gas pembawa: helium untuk kromatografi, laju alir: 1,8 ml/ menit
- Detektor: detektor pengionan nyala (*flame ionization detector*)
- Split vent*, diatur pada laju alir 20 ml/menit.
- Pemrograman suhu sesuai Tabel berikut:

	Waktu (menit)	Temperatur (°C)	Laju (°C/menit)	Keterangan
Kolom	0 – 1	85	8	Isotermal
	1 – 9	85 → 150		Gradient linear
	9 – 13	150		Isotermal
Gerbang Injeksi		250		
Detektor		270		

A.3.3 Prosedur

Injeksikan masing-masing larutan (larutan uji dan larutan pembanding) sebanyak 1,5 μ l. Bila kromatogram diperoleh menggunakan kondisi pengukuran yang dinyatakan diatas, maka waktu retensi relatif (dalam menit) terhadap sikloheksilamin (sekitar 2,3 menit) adalah sebagai berikut: aniline sekitar 1,4; tetradekana 4,3; dan disikloheksilamin 4,5.

Batas:

impurities C: maksimum 10 mg/kg

impurities B: maksimum 1 mg/kg

impurities D: maksimum 1 mg/kg

Keterangan:

impurities B : Anilin

impurities C : Sikloheksilamin

impurities D : Disikloheksilamin

A.4 Perhitungan

Perbandingan (rasio) AUC (area di bawah kurva) masing-masing *impurities* terhadap AUC standar internal pada larutan uji tidak lebih besar dari rasio tersebut pada larutan pembanding.



Lampiran B
(normatif)
Cara uji asam sulfamat

B.1 Alat

1. Neraca analitis;
2. Labu takar (labu tentukur) 10,0; 50,0; dan 100,0 ml;
3. Pipet volum 1,0 dan 10,0 ml;
4. *Micro pipette* 0 – 10 μ l;
5. Oven pengering;
6. Pelat *silica gel* G untuk kromatografi lapis tipis (KLT);
7. Alat penyemprot pereaksi penampak bercak;
8. *Chamber* KLT;
9. Alat gelas lain yang lazim digunakan di laboratorium;
10. Hairdryer.

B.2 Pereaksi

1. Natrium siklalat baku pembanding;
2. Asam sulfamat baku pembanding;
3. Amonia pekat, pa;
4. Etil asetat, pa;
5. Propanol, pa;
6. Larutan natrium Hipoklorit pekat: larutan mengandung 25 hingga 30 g/l klor aktif;

Penetapan kadar:

- Ke dalam titrasi, masukkan 50 ml air suling, 1 g kalium iodide, dan 12,5 ml larutan asam asetat encer. Encerkan 10,0 ml larutan yang akan dititrasi hingga 100,0 ml dengan air suling. Pipet 10,0 ml larutan tersebut ke dalam labu titrasi dan titrasi dengan larutan tiosulfat 0,1 M, tambahkan 1 ml larutan pati sebagai indikator.

7. Larutan asam asetat encer
 - Larutkan 12 g asam asetat glasial dalam air suling dan encerkan hingga 100,0 ml dengan pelarut yang sama.
8. Larutan natrium tiosulfat 0,1 M
 - Larutkan 25 g natrium tiosulfat dan 0,2 g natrium karbonat dalam air suling bebas karbondioksida, encerkan hingga 1 000,0 ml menggunakan pelarut yang sama.

Pembakuan:

Ke dalam 10,0 ml larutan kalium bromat 0,033 M, tambahkan 40 ml air suling, 10 ml larutan kalium iodide dan 5 ml larutan asam hidroklorida. Titrasi dengan larutan natrium tiosulfat, gunakan 1 ml larutan pati sebagai indikator, indikator ditambahkan menjelang titik akhir.

9. Larutan kalium bromat 0,033 M;
 - Larutkan 5,5670 g kalium bromat baku primer dalam air suling dan encerkan hingga 1 000,0 ml menggunakan pelarut yang sama.
10. Larutan kalium iodida;
 - Larutan kalium iodida 166 g/l dalam air suling

11. Larutan asam hidroklorida
 - Tambahkan 70 g asam hidroklorida pekat (12 N) ke dalam air suling dan encerkan hingga 100 ml.
12. Larutan pati
 - Larutkan 5 g pati larut dengan 5 ml air suling, sambil diaduk tuangkan ke dalam 100 ml air suling mendidih. Larutan dibuat segar.
13. Larutan kalium iodida dan pati
 - Larutkan 0,75 g kalium iodida dalam 100 ml air suling, didihkan. Sambil diaduk, tambahkan larutan 0,5 g pati larut dalam 35 ml air suling. Didihkan selama 2 menit, lalu dinginkan.
14. Air suling bebas karbondioksida: air suling yang telah dididihkan dan didinginkan dalam keadaan tertutup untuk mencegah kontak dengan atmosfer

B.3 Cara kerja

1. Penyiapan larutan S
 - Larutkan 5 g natrium siklomat dengan air suling bebas karbondioksida dan encerkan hingga 50,0 ml dengan pelarut yang sama.
2. Penyiapan larutan uji A (gunakan larutan S)
3. Penyiapan larutan uji B
 - Encerkan 1,0 ml larutan uji A sampai 10,0 ml dengan air suling.
4. Larutan pembanding A
 - Larutkan 0,1 g siklomat baku pembanding dalam air suling dan encerkan sampai 10,0 ml menggunakan pelarut yang sama.
5. Larutan pembanding B
 - Larutkan 10 mg asam sulfamat baku pembanding dengan air suling dan encerkan hingga 100,0 ml menggunakan pelarut yang sama.
6. Siapkan pelat KLT silica gel G. Totolkan pada pelat tersebut masing-masing larutan tersebut diatas dengan volume penotolan 2 µl.
7. Tempatkan pelat tersebut dalam chamber KLT yang telah diisi dengan pelarut pengembang sebagai berikut: campuran ammonia pekat : air : etil asetat : propanol = 10 : 10 : 20 : 70. Sebelum digunakan, jenuhkan pelarut pengembang selama 1 jam pada suhu 20 °C - 25 °C.
 - Lakukan pengembangan hingga tinggi pengembangan (pelarut) mencapai 12 cm dari tempat penotolan.
8. Keringkan dengan hair dryer pelat lalu panaskan dalam oven pada suhu 105 °C selama 5 menit. Semprot pelat panas dengan larutan natrium hipoklorit pekat yang telah diencerkan sehingga mengandung klor aktif 5 g/l.
9. Tempatkan pelat di bawah aliran udara dingin hingga pada lokasi di bawah tempat penotolan teramati warna biru pucat setelah ditetesi larutan larutan kalium iodida dan pati, hindari paparan yang terlalu lama terhadap aliran udara dingin.
10. Semprot pelat dengan larutan kalium iodida dan pati dan amati kromatogram dalam waktu 5 menit.

B.4 Perhitungan

Bercak asam sulfamat yang berasal dari larutan uji A tidak lebih intens dibandingkan bercak asam sulfamat yang berasal dari larutan pembanding B. Berarti menandakan kandungan asam sulfamat pada larutan uji A dibawah 0,1 %



Bibliografi

SNI 06-0030-1996, *Mutu dan cara uji asam sulfat teknis.*

SNI 01-2891-1992, *Cara uji makanan dan minuman.*

SNI 01-2896-1998, *Cara uji cemaran logam dalam makanan.*

SNI 01-4866-1998, *Cara uji cemaran arsen dalam makanan.*

British Pharmacopoeia 2009.

JECFA Combined Compendium of Food Additive Specifications.

Official Journal of European Union: *Specific purity criteria concerning sweeteners for use in foodstuffs.* COMMISSION DIRECTIVE 2008/60/EC.

